

17.12.03

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

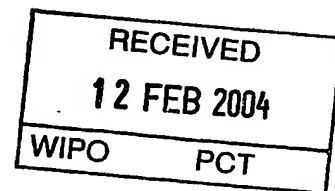
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2003年 2月25日

出 願 番 号  
Application Number: 特願2003-046661  
[ST. 10/C]: [JP2003-046661]

出 願 人  
Applicant(s): 独立行政法人産業技術総合研究所

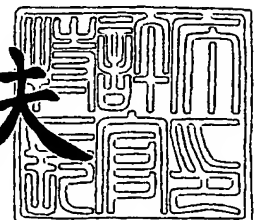
PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)



2004年 1月30日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 337T02058

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C22F 1/18

【発明者】

【住所又は居所】 宮城県仙台市宮城野区苦竹4丁目2番1号 産業技術総合研究所 東北センター内

【氏名】 多田 周二

【発明者】

【住所又は居所】 宮城県仙台市宮城野区苦竹4丁目2番1号 産業技術総合研究所 東北センター内

【氏名】 孫 正明

【発明者】

【住所又は居所】 宮城県仙台市宮城野区苦竹4丁目2番1号 産業技術総合研究所 東北センター内

【氏名】 橋本 等

【発明者】

【住所又は居所】 宮城県仙台市宮城野区苦竹4丁目2番1号 産業技術総合研究所 東北センター内

【氏名】 阿部 利彦

【特許出願人】

【識別番号】 301021533

【氏名又は名称】 独立行政法人 産業技術総合研究所

【代理人】

【識別番号】 100093296

【弁理士】

【氏名又は名称】 小越 勇

【電話番号】 0357771662

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0300279

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 焼結方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 筒状の成形空間を有する型内で粉末を直接通電加圧焼結する方法において、通電部分と被焼結部位とを相対的に移動させながら連続的に焼結することを特徴とする焼結方法。

【請求項 2】 筒状の型内に配置した焼結粉末材料を型の端部から加圧するとともに、型の周囲に該型の長さ方向に移動可能な電極を配置し、焼結粉末材料に通電加熱して焼結することを特徴とする請求項 1 記載の焼結方法。

【請求項 3】 焼結粉末材料を型の両端部から加圧することを特徴とする請求項 2 記載の焼結方法。

【請求項 4】 型の周囲に密着しかつ一軸上で自由に動く空間部を有する電極の接続端子板を設け、該接続端子板によって通電部位を移動させて焼結することを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の焼結方法。

【請求項 5】 固定した筒状のダイスの周囲に固定電極を配置し、該ダイス内に焼結粉末材料を装入して通電加熱焼結すると共に、ダイスの一方から原料粉末を押圧し、かつそれによって焼結された焼結体をダイスの他方から押出して順次焼結することを特徴とする請求項 1 記載の焼結方法。

【請求項 6】 焼結粉末材料を一方向に焼結することを特徴とする請求項 1～5 のいずれかに記載の焼結方法。

【請求項 7】 長尺の焼結粉末材料を焼結することを特徴とする請求項 1～6 のいずれかに記載の焼結方法。

【請求項 8】 加熱部位を設定しながら断面が一様でない材料を焼結することを特徴とする請求項 1～7 のいずれかに記載の焼結方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、金属、セラミックス等の被焼結材料の加熱部位を特定位置に限定しながら、被焼結材料と加熱部位とを相対的に移動させることにより直接加圧通電

し、短時間で材料を焼結する方法に関する。本発明は、長尺の棒材や断面が一樣とならない焼結体を得るのに好適な製造方法を提供するものである。

#### 【0002】

##### 【従来の技術】

直接通電による加圧焼結法によれば、被焼結材をきわめて高速に昇温できるため、雰囲気加熱による従来の焼結手法と比較して製造時間の大幅な短縮が可能である。

一般に、従来の直接通電による加熱焼結法は、被焼結体の軸方向の両端に通電加熱用の電極を配置して加圧すると同時に加熱する手法が取られている（例えば、特許文献1参照）。

しかしながら、このような直接通電による加熱では、通電経路における両者の接触部分での発熱量が、他の被焼結粉末の部位に比べて特に大きくなるため、電極接触面から焼結材料中央部（電極から離れた位置）へ向かって、温度勾配が発生する。

したがって、棒材のように通電経路が長い焼結製品を製造する場合には材料全体を均一な温度で焼結することがきわめて難しいという問題がある。

#### 【0003】

また、通電経路に対して焼結体の断面が長さ方向に一樣とならない部材（すなわち断面積が変化する部材）では、通電経路に垂直な断面の面積差によって電気抵抗が変わるため、発熱量が変化して均一な焼結体を得られないという問題がある。

したがって、従来の直接通電による加圧焼結法では、ある長さ以上を有する棒材ならびに段付の部材など断面が一樣でない焼結体を、均一な材質をもつ製品に製造することが難しいという問題があった。

#### 【0004】

このようなことから、従来の被焼結体の軸方向の両端に通電加熱用の電極を配置して加圧する替わりに、被焼結体の側面に電極を配置し加熱する方法が提案されている（例えば、特許文献2参照）。しかし、この場合電極及び焼結体は固定された位置で行われているので、長尺のものを連続的に焼結することはできない

また、連続的に焼結するという観点からみると、被焼結粉末をロールに挟んで薄板をロール状の電極で通電加熱する提案もある（例えば、特許文献3参照）。しかし、この場合薄板を製造することだけに限定され、他の形状の部品を焼結できないという問題がある。

#### 【0005】

##### 【特許文献1】

特開2000-239707号公報

##### 【特許文献2】

特開平10-259405号公報

##### 【特許文献3】

特開平9-268302号公報

#### 【0006】

##### 【発明が解決しようとする課題】

本発明は、かかる事情に鑑み、長尺の棒材又は断面が一様でない焼結体であっても、焼結体の品質が均一であり、焼結性に優れた焼結方法を提供するものである。

#### 【0007】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明は、棒状又は断面が一様でない焼結体を得るために研究を重ねた結果、被焼結材料の加熱する部分（位置）を制限（限定）し、被焼結材料と通電部とを相対的に順次移動させながら焼結を行うことにより、この目的を達成し得ることを見いだした。

すなわち、本発明は、上記知見に基づき

1. 筒状の成形空間を有する型内で粉末を直接通電加圧焼結する方法において、通電部分と被焼結部位とを相対的に移動させながら連続的に焼結することを特徴とする焼結方法
2. 筒状の型内に配置した焼結粉末材料を型の端部から加圧するとともに、型の周囲に該型の長さ方向に移動可能な電極を配置し、焼結粉末材料に通電加熱して

焼結することを特徴とする上記 1 記載の焼結方法

3. 焼結粉末材料を型の両端部から加圧することを特徴とする上記 2 記載の焼結方法

4. 型の周囲に密着しかつ一軸上で自由に動く空間部を有する電極の接続端子板を設け、該接続端子板によって通電部位を移動させて焼結することを特徴とする上記 1～3 のいずれかに記載の焼結方法

5. 固定した筒状のダイスの周囲に固定電極を配置し、該ダイス内に焼結粉末材料を装入して通電加熱焼結すると共に、ダイスの一方から原料粉末を押圧し、かつそれによって焼結された焼結体をダイスの他方から押出して順次焼結することを特徴とする上記 1 記載の焼結方法

6. 焼結粉末材料を一方向に焼結することを特徴とする上記 1～5 のいずれかに記載の焼結方法

7. 長尺の焼結粉末材料を焼結することを特徴とする上記 1～6 のいずれかに記載の焼結方法

8. 加熱部位を設定しながら断面が一様でない材料を焼結することを特徴とする上記 1～7 のいずれかに記載の焼結方法を提供する。

#### 【0008】

##### 【発明の実施の形態】

本発明においては、公知の通電加圧焼結法を基に、従来は被焼結材料と焼結空間を備えた型とを一体として全体的に加熱していたものを、通電部分を型の特定位置に限定し、被焼結部位と加熱部分とを相対的に移動させながら一方向へ連続的に焼結していくことによって、焼結品質が良好な棒状又は断面が一様でない焼結部材を製造する方法を開発した。

#### 【0009】

原料を固定して電極を移動する場合を図 1 に、電極を固定して原料を移動させる場合を図 2 にそれぞれ概略を示す。

図 1 に示すように、原料を固定して電極側を移動する場合には、まず加熱したい部分に相当する厚みをもつ電極接続端子板(可動電極) 1 を、原料粉末 2 充填用

の筒形の型（シリンダ）3の外壁に密着させ、かつ一軸（筒形の型の）上で自由に動くように配置する。

一方、充填された焼結用粉末2は、型の内部でパンチ4により両端から加圧される。符号5は加圧盤である。

この状態で、粉末を加圧しながら可動電極1に通電し、所望の温度および速度となるように制御しながら電極1を移動させる。これによって、棒状若しくは断面が一様でない焼結体を得られる。

#### 【0010】

一方、図2に示すように、焼結用原料2を移動する場合には、電極1に接続したダイス6に通電し、所望の温度に制御したところで原料粉末2をプッシュロッド10により加圧し送り込む。

このとき、出口側には回転抵抗をもったロール7や内径を通電するダイス6よりも若干小さくした2次ダイス的なもの（図示せず）などを設置することにより、焼結品9の進行に対して抵抗が生ずる措置を講じて、原料粉末を加圧する。

以上の方法によって、焼結品の均一性に優れた棒状若しくは断面が一様でない焼結製品を得ることができる。

#### 【0011】

##### 【実施例】

次に、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定されるものではない。すなわち、本発明の技術思想の範囲で、本実施例以外の態様あるいは変形を全て包含するものである。

#### 【0012】

##### （実施例1）

図3に示すように、原料粉末となるアルミニウムを充填した型に厚さ $t=10.0\text{ mm}$ のグラファイト製電極接続端子板11を取り付け、これに通電したときの接続端子板11からの距離に対する温度分布を測定した。

実施例1により測定した温度分布の結果を図4に示す。電極接続端子板11から離れるにつれ温度は低下することがわかる。この結果から、本発明によって、任意の限られた領域のみを焼結温度まで加熱できることが分かる。



被焼結材料における断面形状（電気抵抗）が変化しても、加熱領域を小さくすれば形状変化に伴う各位置での発熱量の差の絶対値は小さくなる。したがって、焼結の良否に影響を及ぼさない程度まで加熱領域を決定する電極接続端子板 11 の厚み  $t$  を十分薄くすれば、断面が一様でない部材でも良好に焼結することができる。

また、電極接続端子板 11 からはずれる領域では発熱が生じないため、端子板でカバーされた部分の温度よりも高くなることはなく、原料が過熱したりあるいは溶解したりすることはない。

#### 【0013】

##### （実施例 2）

図 5 に示すように、外径  $\phi 30\text{ mm}$ 、内径  $\phi 15\text{ mm}$ 、長さ  $L=160\text{ mm}$  のグラファイト製シリンダ型の中に、平均粒径  $20\text{ }\mu\text{ m}$  のアルミニウムを  $3.82\text{ g}$  充てんし、長さ  $80\text{ mm}$  のグラファイト製パンチで上下から押さえる。

このシリンダに、中央に  $\phi 30\text{ mm}$  の穴をあけた一辺の長さが  $70\text{ mm}$  で厚さ、 $t=10.0\sim 13.2\text{ mm}$  のグラファイト製の電極接続用端子板（穴あき角板）11 を側壁に密着するように嵌め込む。熱電対 12 が存在する加熱部の断面図を図 6 に示す。

#### 【0014】

この場合、電極接続用端子板（穴あき角板）11 の材質をシリンダと同質の材料を使用する。これによってシリンダまで電流が流れ、さらにシリンダ内の原料粉の電気抵抗が小さい場合には、原料粉が通電により加熱される。また、原料粉の電気抵抗が大きい場合はシリンダが発熱し、原料粉が間接的に加熱され焼結される。

なお、電極接続用端子板 11 を分割してシリンダに密着させてシリンダ又はその中にある粉末に通電して加熱する方法を採ることもできる。特に通電加熱方法に制限されず、いずれの方法も使用することができる。

#### 【0015】

端子板 11 には電極 1 を取り付け、加圧軸とは垂直方向に通電できるようにする。また、型（シリンダ）3 中央部には電極接続用端子板（角板）を貫通して深

さ7mmの穴をあけ、熱電対12を差し込むことによって温度の制御およびモニタリングに利用した。

上記準備を行った後、約10kNの荷重で加圧しながら、電極間に通電することによって型（シリンダ）中央部を580°C～640°Cまで加熱し、焼結を行った。

#### 【0016】

上記実施例2における型（シリンダ）の温度変化について測定した結果の一例を図7に示す。実線で示した設定温度(制御用熱電対に対応)に対し、被焼結材料をはさんだ反対側の温度もほぼ一致していることがわかる。

すなわち、型（シリンダ）にはめ込んだ電極接続用端子板11を介して通電を行った場合でも、被焼結材2を所望の温度に制御できることが分かる。

また、実施例2により得られたアルミニウム焼結品の密度について調べた結果を図8に示す。

#### 【0017】

この図8ら焼結温度の上昇とともに密度は高くなり、640°Cではほぼ緻密化することがわかる。この結果より、通電経路を加圧軸から分離しても良好な焼結体を得られることが明らかである。

電極を接続した端子板は型（シリンダ）にはめ込んであるだけなので、シリンダ長手方向に対して自由に移動させることができる。したがって、端子板を動かしながら焼結を実行すれば、長尺の均質な焼結体を製造することができ、本発明を遂行することができる。

#### 【0018】

##### (実施例3)

図9に示すように、実施例2に示した焼結手法に準じ、アルミニウムを9.54g充てんし、グラファイト製端子板を1番の位置から3番の位置まで順次動かしながら、それぞれの位置で通電加熱し焼結を行った。

実施例3により得られたアルミニウム焼結品の密度について調べたところ、相対密度で99%以上の値が示された。移動する距離を長くすれば、さらに長い製品の製造も可能である。よって、本方法により、緻密性に優れた棒状の焼結品を

製造できることが明らかである。

#### 【0019】

次に、加熱部位を設定しながら断面が一様でない材料を焼結する一例として、図10に示すような段付き部品の焼結を考えると、この例は径の大きい部分と径の小さい部分からなる段付きの焼結品を焼結する場合であり、まず大径部分13の焼結を行う場合には、電極接続用端子板11を原料粉末の大径部分13に設置する。この場合、電極接続用端子板11が小径部分14の原料粉末に掛からないようにする。

通電領域は図10の上方の図に示すように、斜線で示す加熱領域15である。これによって大径部分13に位置する粉末は加熱され焼結する。

#### 【0020】

次に、電極接続用端子板11を小径部分14に移動させ、同様に通電加熱し焼結する。通電加熱部は図10の下方の図における中央加熱領域16である。この場合、電極接続用端子板11は大径部分13に掛からないようにする。

それぞれの位置で、電気抵抗に合わせた通電を独立して行うことができる。これによって、段付き部分でも均一に通電焼結できる。なお、電極接続用端子板11の移動中は、通電を停止しても良いし、また保温程度の電流を流しても良い。これは任意に設定できる。

また、図11に示すように、テーパ部を有する材料であっても、加熱領域を決定する電極接続端子板11の厚み $t$ を発熱量の差が焼結の良否に影響を及ぼさない程度まで十分薄くすることにより、良好な焼結品を製造することが可能となる。

#### 【0021】

##### 【発明の効果】

本発明は、原料と電極とを相対的に移動させながら焼結する方法を提案するものであり、製品全体を一度に焼結する必要がないため加熱する領域を小さくすることができるという効果がある。また、型に取り付けた電極接続端子板を通して通電するので、電極接続端子板の厚さに相当する部分にだけ発熱が生ずる。

これにより、焼結時の温度むらが抑制され、品質に優れた長尺焼結体又は断面

形状が一様でない部材の焼結体の製造が可能となる著しい効果を有する。

また、原料粉末を逐次供給する方法を適用することによって、棒材の連続的な製造が可能となる。その結果、従来のバッチ的生産手法と比べて、焼結部材にかかる生産性の大幅な向上が期待できるという優れた効果を有する。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の、原料を固定して電極を移動させて長尺の焼結体を製造する方法に使用する装置の一例を示す概略説明図である。

【図 2】

本発明の、電極及びダイスを固定して焼結用粉末原料を移動させて長尺の焼結体を製造する方法に使用する装置の一例を示す概略説明図である。

【図 3】

電極接続端子板を介して通電したときの型の温度分布測定方法を示す説明図である。

【図 4】

電極接続端子板を介した通電時の温度分布測定結果を示す図である。

【図 5】

実施例 2 で使用した焼結方法の装置の概要を示した図である。

【図 6】

実施例 2 の焼結条件において、熱電対 1 2 が存在する位置の加熱部の断面図である。

【図 7】

加圧軸から通電経路を分離して加熱を行ったときの型（シリンダ）の温度変化を示す図である。

【図 8】

実施例 2 により得られたアルミニウム焼結品の密度に及ぼす焼結温度の影響について示した図である。

【図 9】

通電経路すなわち加熱部位を動かしながら焼結する方法の概略を示す図である

## 【図 10】

実施例 4 に示す段付き部品の焼結例を示す断面概略説明図である。

## 【図 11】

径が変更される部品（テーパ部品）の焼結例を示す断面概略説明図である。

## 【符号の説明】

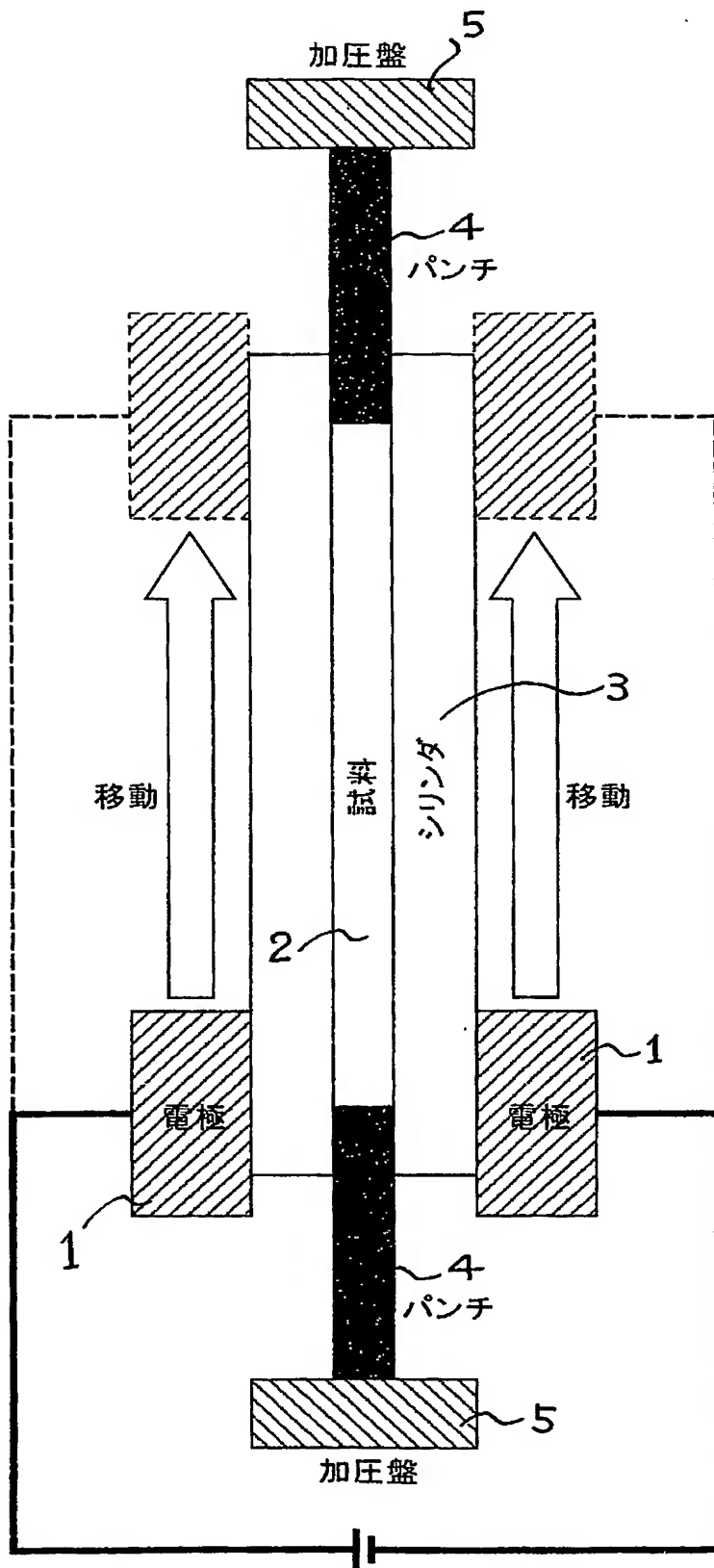
- 1：電極
- 2：焼結体用粉末
- 3：型（シリンダ）
- 4：パンチ
- 5：加圧盤
- 6：ダイス
- 7：背圧ロール
- 8：背圧ロッド
- 9：焼結体
- 10：プッシュロッド
- 11：電極接続用端子板
- 12：熱電対
- 13：大径部分
- 14：小径部分
- 15：加熱領域
- 16：加熱領域



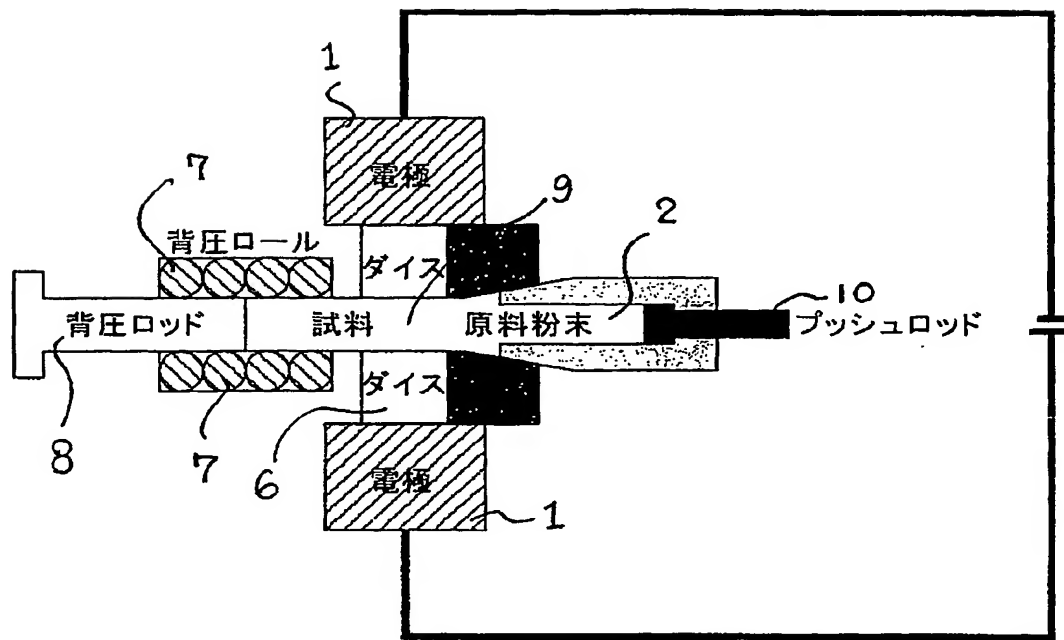
【書類名】

図面

【図 1】

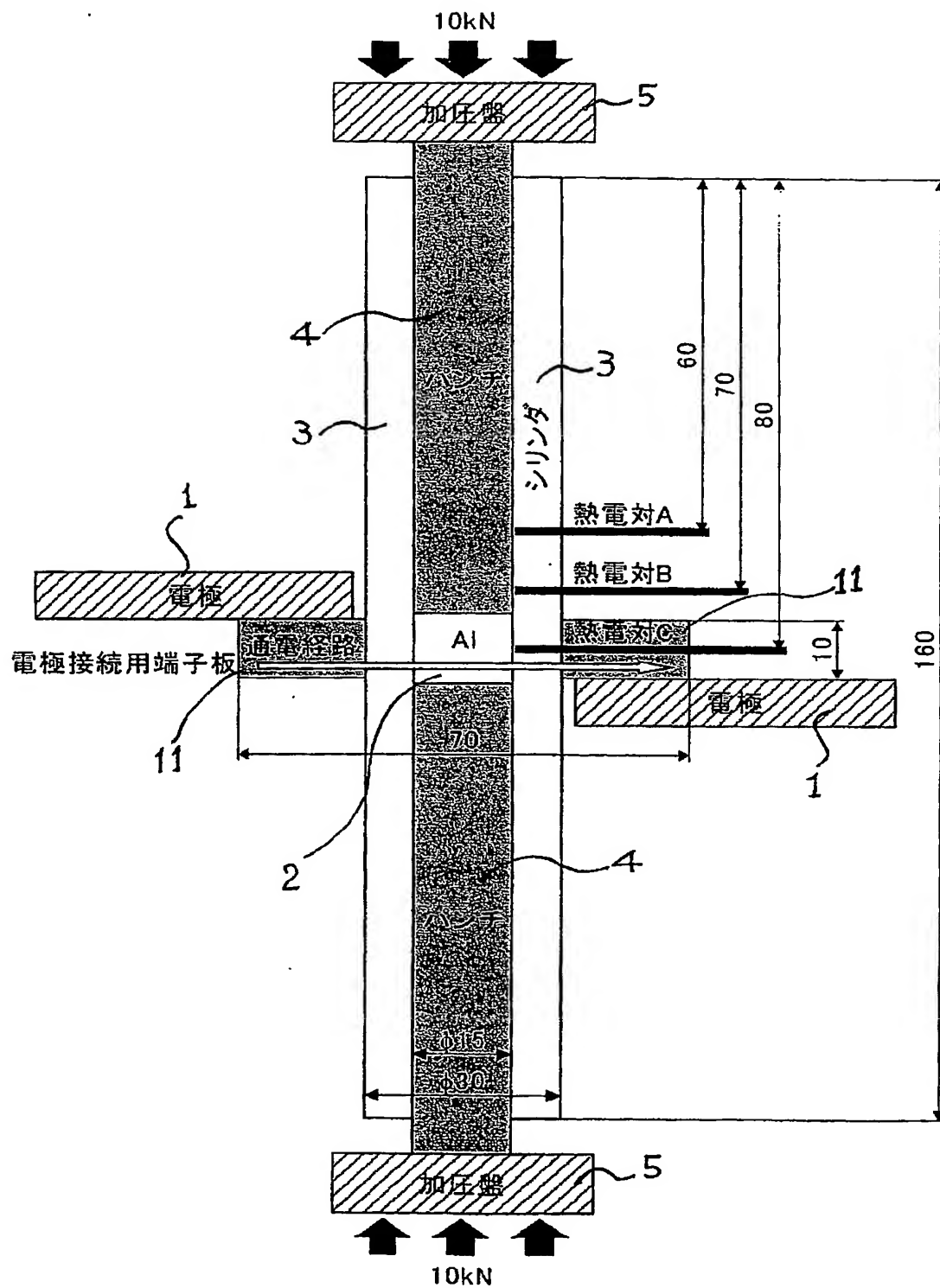


【図 2】

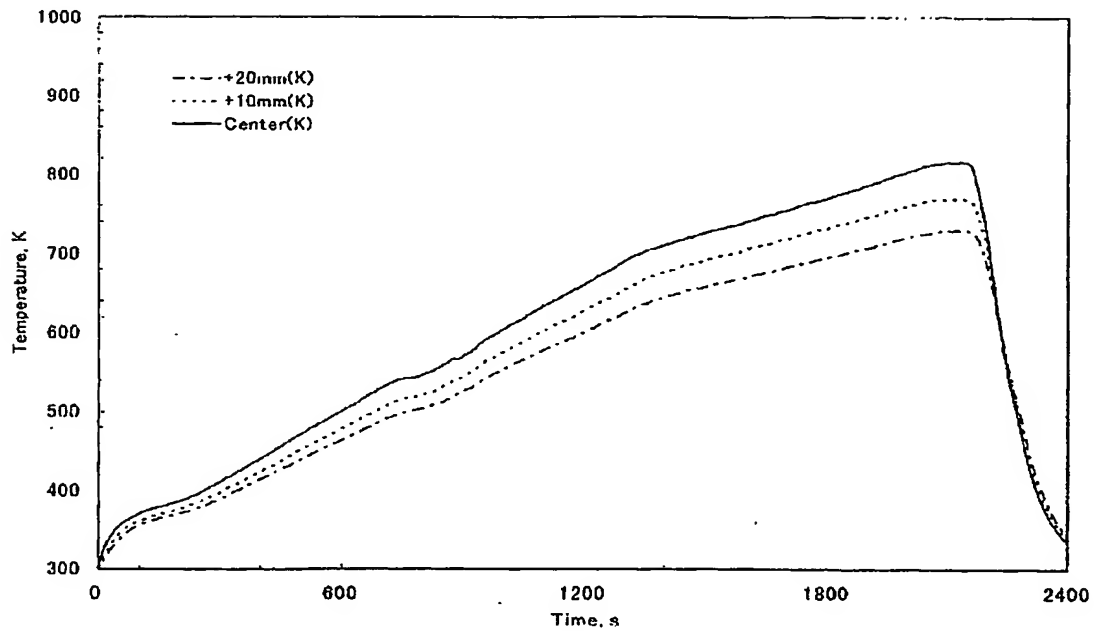




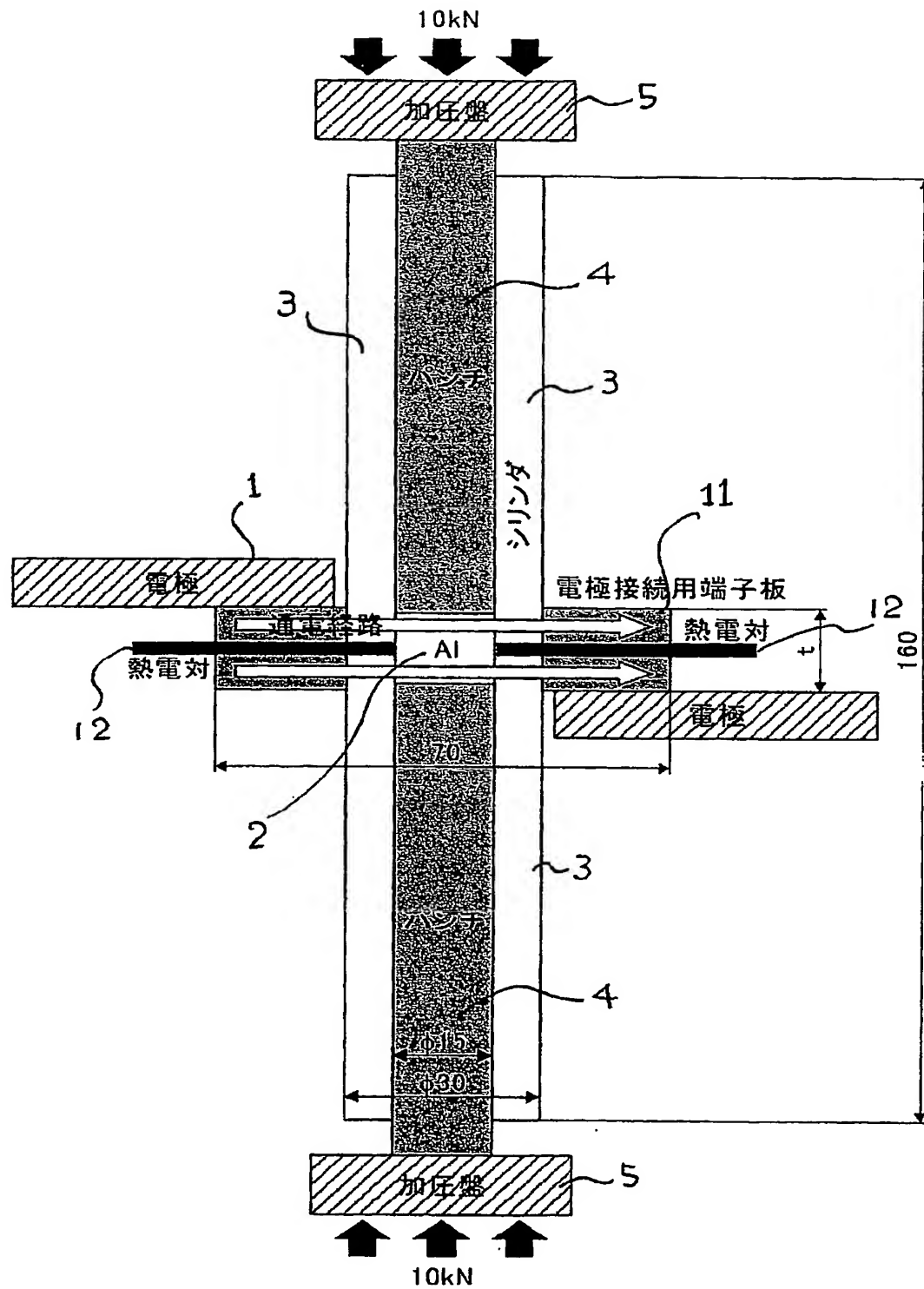
【図 3】



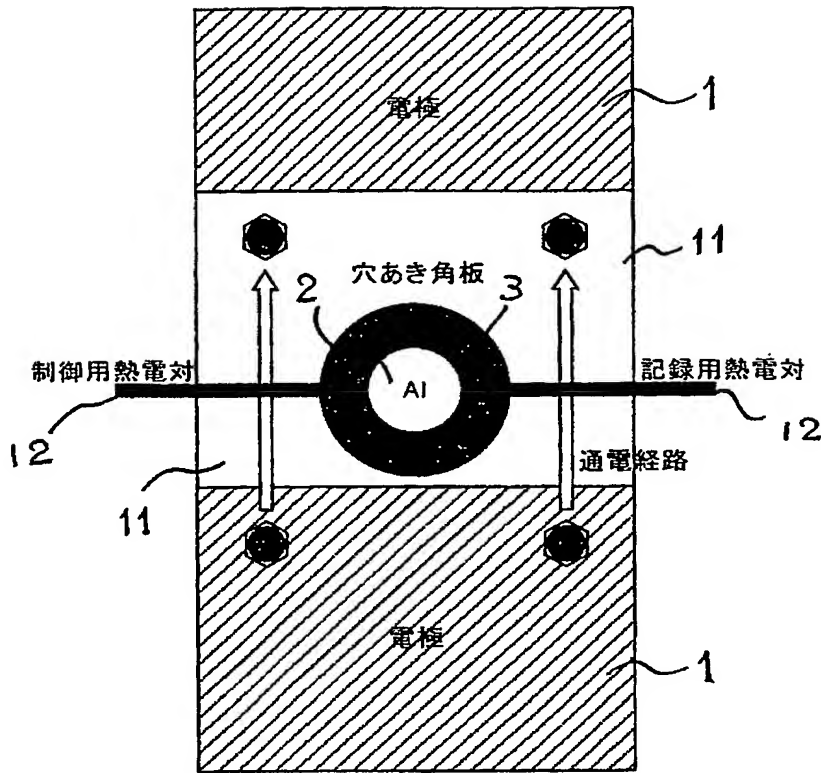
【図 4】



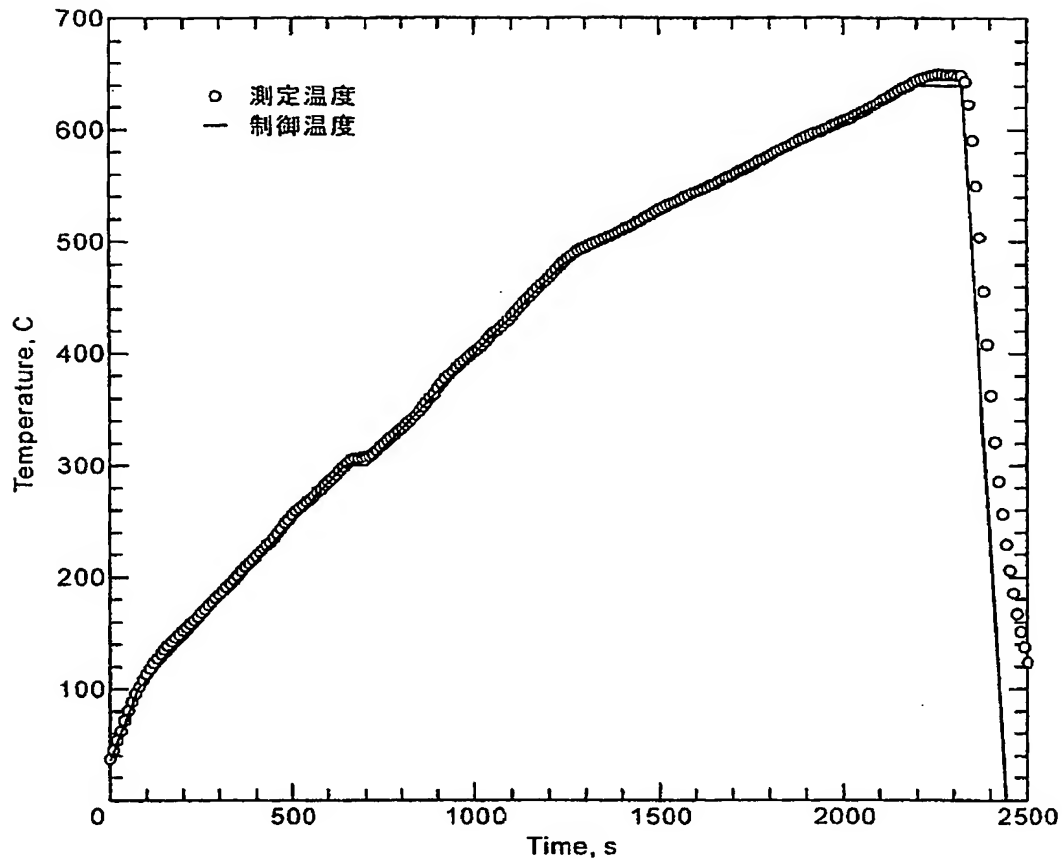
【図 5】



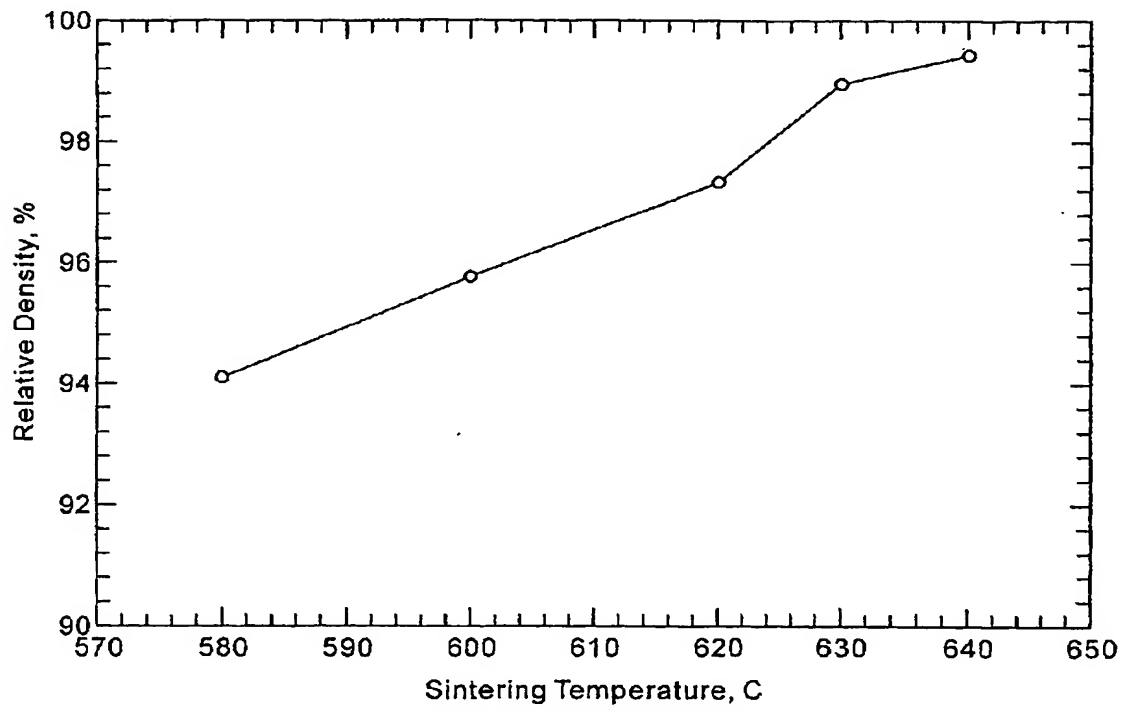
【図 6】



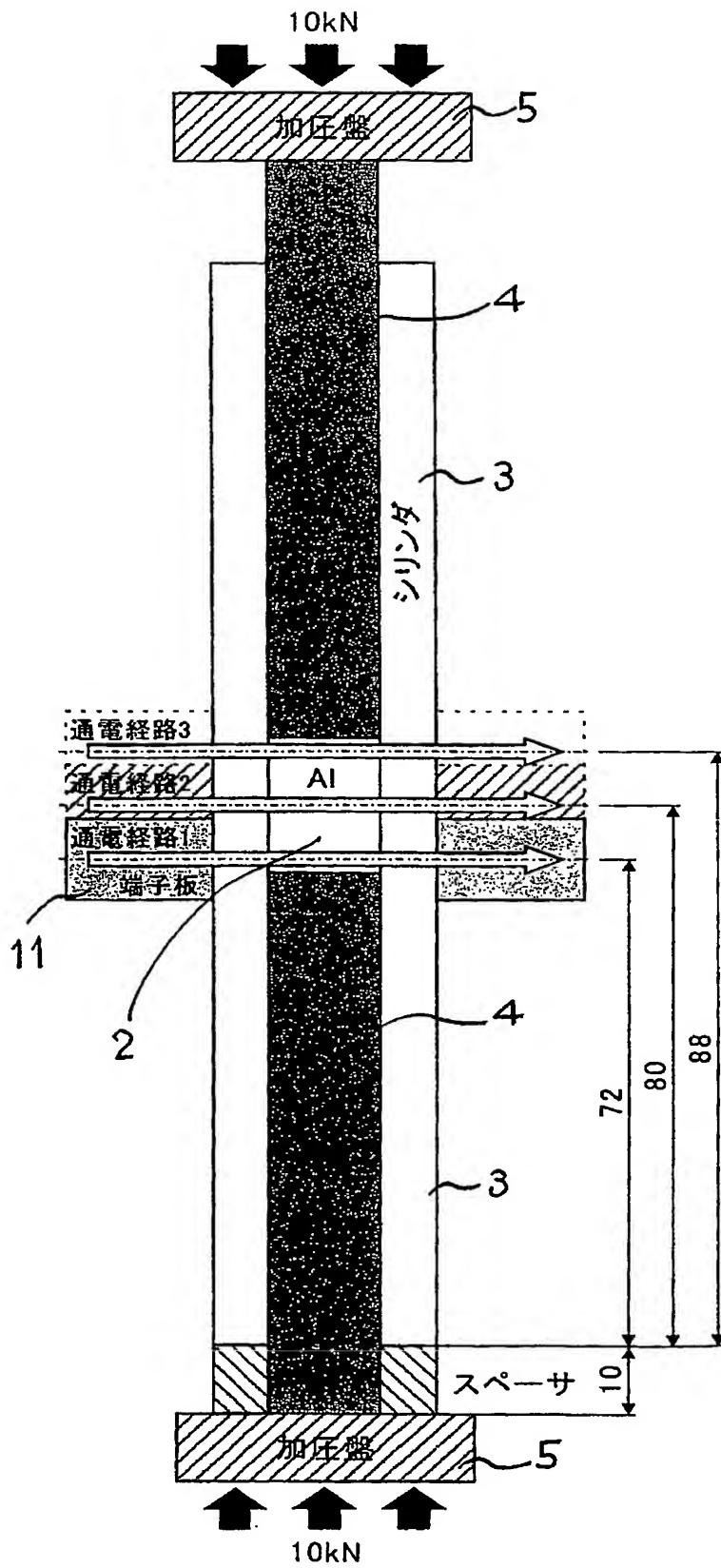
【図 7】



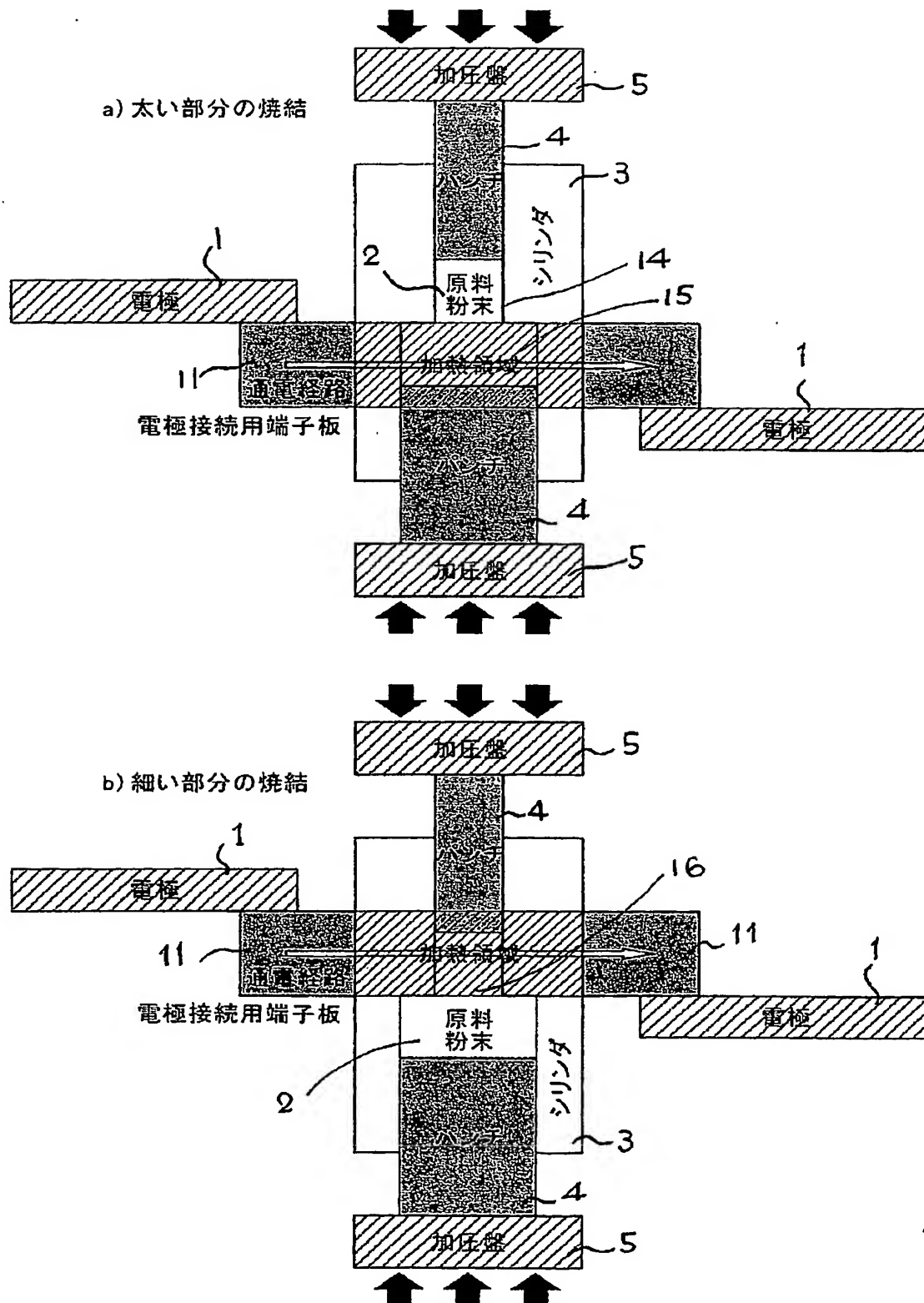
【図 8】



【図 9】

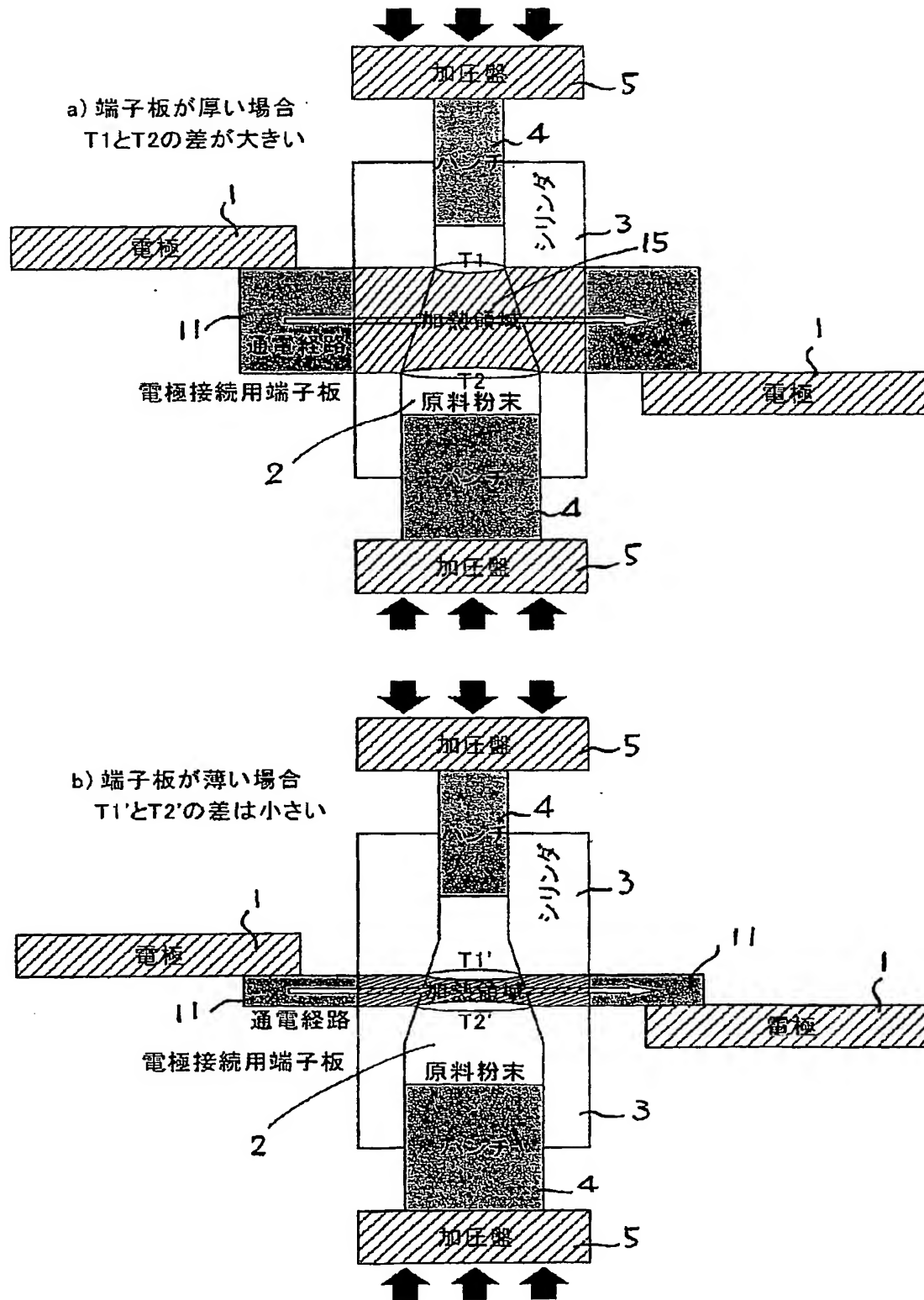


【図 10】





【図 11】



【書類名】 要約書

【要約書】

【課題】 長尺の棒材又は断面が一様でない焼結体であっても、焼結体の品質が均一であり、焼結性に優れた焼結方法及び焼結装置を提供する。

【解決手段】 筒状の成形空間を有する型内で粉末を直接通電加圧焼結する方法において、通電部分と被焼結部位とを相対的に移動させながら連続的に焼結することを特徴とする焼結方法。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

|         |                |
|---------|----------------|
| 特許出願の番号 | 特願 2003-046661 |
| 受付番号    | 50300296218    |
| 書類名     | 特許願            |
| 担当官     | 宇留間 久雄 7277    |
| 作成日     | 平成15年 2月26日    |

<認定情報・付加情報>

|       |             |
|-------|-------------|
| 【提出日】 | 平成15年 2月25日 |
|-------|-------------|

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 4 6 6 6 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 3 0 1 0 2 1 5 3 3 ]

1. 変更年月日

2 0 0 1 年 4 月 2 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区霞が関 1 - 3 - 1

氏 名

独立行政法人産業技術総合研究所